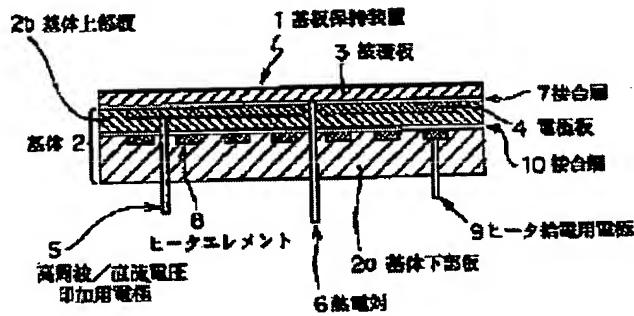


**SUBSTRATE HOLDER**

**Patent number:** JP2000277592  
**Publication date:** 2000-10-06  
**Inventor:** ENDO KAZUNORI; SHIBUKAWA KAZUNORI;  
 WATANABE TSUYOSHI; INOUE KATSURO;  
 MURAKAMI YOSHIHIKO; HASHIMOTO MASAYUKI;  
 IKUHARA YUKIO  
**Applicant:** SUMITOMO OSAKA CEMENT CO LTD  
**Classification:**  
 - International: C04B37/00; H01L21/205; H01L21/68; C04B37/00;  
 H01L21/02; H01L21/67; (IPC1-7): H01L21/68;  
 C04B37/00; H01L21/205  
 - european:  
**Application number:** JP19990076775 19990319  
**Priority number(s):** JP19990076775 19990319

[Report a data error here](#)
**Abstract of JP2000277592**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a substrate holder excellent in plasma stability in which the joint is not cracked even if it is subjected to a thermal load, e.g. repeated temperature rise or temperature drop, or exposed to high temperature atmosphere for a long time and the possibility of heavy metal contamination is eliminated by preventing a metallic electrode plate from being exposed to plasma. **SOLUTION:** The substrate holder comprises a basic body 2 of sintered ceramics, a sintered ceramics plate 3 entirely covering the joint face of the basic body, a metallic electrode plate 4 grasped between the basic body and the cover plate, and an applying electrode 5 having one end connected with the electrode plate wherein the basic body and the cover plate are jointed airtightly and an oxynitride glass layer containing at least two kinds of element selected from group III a elements, aluminum and silicon is formed on the joint interface.



BEST AVAILABLE COPY

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-277592

(P2000-277592A)

(43)公開日 平成12年10月6日 (2000.10.6)

(51)Int.Cl.  
H 01 L 21/68  
C 04 B 37/00  
H 01 L 21/205

識別記号

F I  
H 01 L 21/68  
C 04 B 37/00  
H 01 L 21/205

テマコト(参考)  
R 4 G 0 2 6  
A 5 F 0 3 1  
5 F 0 4 5

審査請求 未請求 請求項の数3 OL (全7頁)

(21)出願番号

特願平11-76775

(22)出願日

平成11年3月19日 (1999.3.19)

(71)出願人 000183266

住友大阪セメント株式会社  
東京都千代田区神田美土代町1番地

(72)発明者 遠藤 和則

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内

(72)発明者 渡川 和典

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内

(74)代理人 100075199

弁理士 土橋 鮎

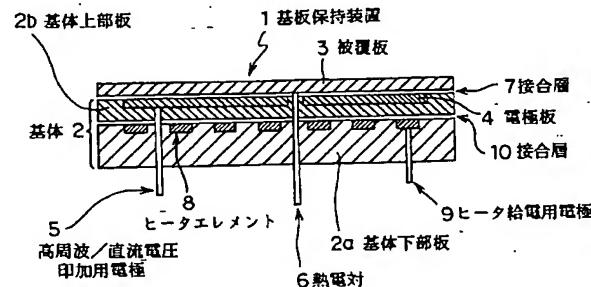
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 基板保持装置

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 プラズマ安定性に優れ、しかも繰り返しの昇温や降温の熱負荷や高温雰囲気に長時間曝されても接合部にクラックが入らず、金属製電極板がプラズマに曝されることはなく、もって重金属汚染の虞がない基板保持装置を提供する。

【解決手段】 セラミックス焼結体製の基体2と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板3を備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持された金属製の電極板4と、この電極板に一端が接続された印加用電極5を備えた基板保持装置1であつて、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第 III a 属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成されているよう構成する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】セラミックス焼結体製の基体と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板を備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持された金属製の電極板と、この電極板に一端が接続された印加用電極を備えた基板保持装置であって、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第 III a属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成されていることを特徴とする基板保持装置。

【請求項2】前記電極板が、高周波電圧の印加によりプラズマ発生用電極として、及び／又は、直流電圧の印加により静電吸着用電極として機能することを特徴とする請求項1に記載の基板保持装置。

【請求項3】前記セラミックス焼結体は、窒化アルミニウム焼結体または窒化アルミニウム基焼結体からなり、前記電極板はモリブデン、タンゲステン、タンタル、ニオブ若しくはこれらの合金等の高融点金属からなることを特徴とする請求項1に記載の基板保持装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体製造装置等におけるウエハの成膜加工等に用いる基板保持装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】プラズマを利用した半導体製造プロセスにおいては、基板を載置するステージにさまざまな機能が求められている。例えば、プラズマ発生機能、基板をステージに密着させるための静電吸着機能、基板温度を一定に保つための温度制御機能等である。そして、これらの機能の全てを一体化された1つのステージでまかなければ、コンパクトで極めて効率の高い基板保持装置ができる。

【0003】従来から、窒化アルミニウムセラミック等からなる基体上に金属製の電極板を接合し、更に該電極板の表面に窒化アルミニウム膜を被着した吸着面を備え、前記電極板にプラズマ発生用の高周波電圧及び／又は静電吸着用の直流高電圧を印加するよう構成された基板保持装置が知られている。

【0004】また、他の基板保持装置として、モリブデン等の高融点金属で形成された板状のプラズマ電極が上下2枚の窒化アルミニウムセラミックスに把持され、前記窒化アルミニウムセラミックス同士が絶縁性を有する耐熱性ガラス質接合剤で接合されたものが知られている。

【0005】【問題点】従来の技術における基板保持装置のうち、金属製の電極板に窒化アルミニウム膜を被着したタイプの基板保持装置にあっては、前記窒化アルミニウム膜はCVD法等の気相成長法により形成されるも

のであるため、皮膜の密着力が必ずしも充分でなく、膜厚を厚くすると剥離しやすいので、膜厚は10μm程度が限度であった。そして、膜厚が10μm以下であると、プラズマに曝される部分の窒化アルミニウム膜がラジカルな分子、原子によって叩かれて薄くなり、体積抵抗率が低下してプラズマが均一に発生しにくくなり、耐久性が悪いという問題点があった。

【0006】また、窒化アルミニウムセラミックス同士を耐熱性ガラス質接合剤で接合したタイプの基板保持装置にあっては、繰り返しの昇温・降温の熱付加や高温雰囲気に長時間曝され、また接合部の接合強度もバラツキが大きいため、接合部にクラックが入りやすく、プラズマ発生用の金属電極がプラズマに曝されて電極用金属材料からの重金属汚染が生ずるという問題点があった。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来技術の前記問題点に鑑みてなされたものであり、その課題とするところは、プラズマ安定性に優れ、しかも繰り返しの昇温・降温の熱負荷や高温雰囲気に長時間曝されても接合部にクラックが入らず、金属製電極板がプラズマに曝されることがなく、もって重金属汚染の虞がない基板保持装置を提供することにある。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】前記課題を効果的に解決できる具体的に構成した手段として、本発明の請求項1に係る基板保持装置は、セラミックス焼結体製の基体と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板を備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持された金属製の電極板と、この電極板に一端が接続された印加用電極を備えた基板保持装置であって、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第 III a属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成されていることを特徴とするものである。

【0009】また、請求項2に係る基板保持装置は、前記電極板が、高周波電圧の印加によりプラズマ発生用電極として、及び／又は、直流電圧の印加により静電吸着用電極として機能することを特徴とする。

【0010】また、請求項3に係る基板保持装置は、前記セラミックス焼結体は、窒化アルミニウム焼結体または窒化アルミニウム基焼結体からなり、前記電極板はモリブデン、タンゲステン、タンタル、ニオブ若しくはこれらの合金等の高融点金属からなることを特徴とする。

## 【0011】

【発明の実施の形態】以下、発明の実施の形態について詳細に説明する。ただし、この実施の形態は、発明の趣旨をより良く理解させるため具体的に説明するものであり、特に指定のない限り、発明内容を限定するものではない。

【0012】この実施の形態においては、図1、2に示すように、基板保持装置1は、上面に凹溝11が形成されたセラミックス焼結体製の基体2と、この凹溝に装填された金属製の電極板4と、前記基体2と前記電極板4の全領域を覆い、基板(図示せず)を載置するセラミックス焼結体製の被覆板3と、前記電極板4に一端が接続され、耐熱性に優れたモリブデンにより形成されたプラズマ発生用の高周波電圧及び/又は静電吸着用の直流電圧を印加する印加用電極5と、前記被覆板3の温度を測定する熱電対6を備えている。

【0013】そして、前記基体2と前記被覆板3とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第IIIa属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成され、接合後の接合層7の厚みが5~180μmとなるよう構成されている。

【0014】また、この実施の形態に係る基板保持装置1にあっては、前記基体2の内部にヒータエレメント8が設けられても良い。すなわち、前記基体2は、上面に凹溝12が形成されたセラミックス焼結体製の基体下部板2aと、この凹溝12に装填されたヒータエレメント8と、前記基体下部板2aと前記ヒータエレメント8の全領域を覆うセラミックス焼結体製の基体上部板2bと、前記ヒータエレメント8に一端が接続され、耐熱性に優れたモリブデンにより形成された少なくとも1対のヒータ給電用電極9を備えている。

【0015】そして、前記基体下部板2aと前記基体上部板2bとは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第IIIa属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成され、接合後の接合層10の厚みが5~180μmとなるよう構成されている。

【0016】以下、本発明を構成する各構成要素について詳述する。

【電極板】電極板4に印加用電極5を介してプラズマ発生用電源から高周波電圧を印加することにより、プラズマを発生させることが可能となる。このとき、電極板4は0.025mm以上の充分な厚みT<sub>1</sub>を持った金属板であるため、①前記高周波電圧を印加しても発熱して焼き切れる虞がない他、②格子状またはメッシュ状の電極を用いた場合と異なり、全域に緻密、安定、且つ均一なプラズマを発生させることができ、③更に、電極板4と印加用電極5との連結を面/ロッド間で確実に行える等の利点を有する。

【0017】また、前記電極板4に印加用電極5を介して静電吸着用電源より500V程度の直流高電圧を印加すると、被覆板3が絶縁体として機能し、シリコン基板等の被吸着物を静電吸着させることができとなる。なお、電極板4にプラズマ発生用電源の高周波電圧と静電吸着用電源の直流高電圧の両方を印加する場合には、高周波

をカットできるフィルタを静電吸着用電源と給電用電極間に設置すればよい。

【0018】更に、前記電極板4は、①セラミックスの熱膨張係数に近似する熱膨張係数を有すること、②接合工程中の熱処理温度及び雰囲気に安定であること、③固有抵抗値が低いこと、④室温~1000℃までの実用温度域での長期使用が可能である等の理由から、モリブデン、タンゲステン、タンタル、ニオブ若しくはこれらの合金等の高融点金属からなることが好ましい。

【0019】〔セラミックス焼結体〕前記基体下部板2a、前記基体上部板2b、前記被覆板3の材質は特に限定されるものではないが、熱伝導性、機械的強度、耐プラズマ性に優れ、CF<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>8</sub>等のプラズマクリーニングガスに対する耐久性に優れる等の理由から、窒化アルミニウム焼結体、または窒化アルミニウム基焼結体により形成されてなることが好ましい。この窒化アルミニウム焼結体または窒化アルミニウム基焼結体は公知の方法にて製造したものを用いることができる。

【0020】〔ガラス質接合剤〕前記電極4を挟持する前記基体2と前記被覆板3との間、及び前記ヒータエレメント8を挟持する前記基体下部板2aと前記基体上部板2bとの間を気密に接合する接合層として、周期表第IIIa属元素から選ばれた少なくとも2種の元素、アルミニウム、珪素を含有するオキシナイトライドガラス層を用いるとした理由は次のとおりであり、このガラス質接合層を用いることにより、前記接合部7、10の気密性を大幅に向上させ得ると共に、この気密性を長期に亘って確保し得る。

【0021】即ち、前記成分を有するオキシナイトライドガラスはセラミックス焼結体との濡れ性が良好であり、接合強度が優れ、接合部7、10の気密性が良好で、接合強度のバラツキも小さく、耐熱性にも優れている。

【0022】前記成分を含有するオキシナイトライドガラスの熱膨張係数は3×10<sup>-6</sup>~8×10<sup>-6</sup>/℃であり、例えばセラミックス焼結体の中で好適に使用される窒化アルミニウム焼結体の熱膨張係数(3.8×10<sup>-6</sup>~4.7×10<sup>-6</sup>/℃)と一致もしくは近似し、もって繰り返しの昇温、降温の熱負荷時の熱応力による接合層7、10の破損、即ちクラックの発生を回避することができ、前記接合層7、10の気密性を長期に亘って確保することができる。また、前記成分を含有するオキシナイトライドガラス層のガラス軟化点T<sub>g</sub>は850~950℃と高く、高温雰囲気に長時間晒されても接合層7、10が劣化しない。

【0023】前記オキシナイトライドガラス層を形成し得る接合剤は、以下のように製造する。まず、接合材原料粉末として、例えば周期表第IIIa族元素から選ばれた少なくとも2種の元素の酸化物と、二酸化珪素と、酸

化アルミニウムとを混合するか、または熱処理によりこれらに変化する化合物を混合する。

【0024】ここに、周期表第 III a 族元素の酸化物としては特に限定されず  $Y_2 O_3$  、  $Dy_2 O_3$  、  $Er_2 O_3$  、  $Gd_2 O_3$  、  $La_2 O_3$  、  $Yb_2 O_3$  、  $Sm_2 O_3$  等を例示することができる。これらのうち、価格、入手のしやすさの点から、用いる周期表第 III a 族元素の酸化物の 1 つは  $Y_2 O_3$  が最適であり、他の周期表第 III a 族元素の酸化物はこの  $Y_2 O_3$  と全率固溶体を形成しやすい  $Dy_2 O_3$  、  $Er_2 O_3$  、  $Yb_2 O_3$  が好適であり、特に  $Dy_2 O_3$  は価格の点からも好適である。

【0025】また、前記各成分の組成比率も特に限定されないが、周期表第 III a 族元素から選ばれた少なくとも 2 種の元素の酸化物を含量で 20 ～ 50 重量%、二酸化珪素を 30 ～ 70 重量%、酸化アルミニウムを 10 ～ 30 重量%含む溶融体が形成されるように配合するのが、得られる溶融体の融点が低く、またセラミックス部材等との濡れ性にも優れるので好ましい。更に、周期表第 III a 族元素が 2 種の場合は、周期表第 III a 族元素の酸化物がモル比で約 1 : 1 となるよう配合されるのが、接合材の融点が最も低くなるので好適である。

【0026】そして、上述の原料混合粉末を、例えば粒径 5  $\mu m$  以下に粉碎し、1500 ～ 1700°C で溶融した後急冷してガラス質の冷却物を得、これを粒径 5  $\mu m$  程度に粉碎して均一組成の溶融体微粉末の接合剤を調整する。この接合材の調製時の雰囲気は特に限定されないが、窒素雰囲気下で行うとオキシナイトライドガラスが形成され、非窒素雰囲気下で行うとオキサイドガラスが形成される。しかし、本発明にあっては接合界面にオキシナイトライドガラス層が形成されてなることが必須であるため、接合材の調製は窒素含有雰囲気下で行い、接合剤を予めオキシナイトライドガラス化させておくのが好ましい。窒素含有雰囲気は、  $N_2$  ガス、  $H_2 - N_2$  混合ガス又は  $NH_3$  ガス等を用いることにより得られる。

【0027】また、前記接合材には、  $Si_3 N_4$  粉末及び／又は  $AlN$  粉末を外割りで 1 ～ 50 重量% 配合することが好ましい。即ち、  $Si_3 N_4$  粉末や  $AlN$  粉末の添加は、このオキシナイトライドガラスの熱膨張係数を下げると共に耐熱性も向上する。配合率 1 重量% 未満では添加する意味がなく、 50 重量% 超では接合強度の低下をもたらすので好ましくない。添加する  $Si_3 N_4$  粉末及び／又は  $AlN$  粉末の粒径は特に限定されないが、均一な濃度のオキシナイトライドガラスを形成させることができると点で平均粒径 0.8  $\mu m$  以下のものが好ましい。

【0028】〔接合層の厚み〕前記基体 2 と前記被覆板 3 との接合後の接合層 7 の厚みを 5 ～ 180  $\mu m$  、前記基体下部板 2 a と前記基体上部板 2 b との接合後の接合層 10 の厚みを 5 ～ 180  $\mu m$  とすることが好適な理由は次のとおりであり、前記接合部の気密性を更に強固に確保

し得る。

【0029】即ち、接合層 7 の厚みが 5  $\mu m$  未満では、接合層 7 の端部におけるフィレットの形成が不十分であることから、接合部 7 の気密性を確保できず、また接合強度も不足する。一方、接合層 7 の厚みが 180  $\mu m$  超では、接合層 7 の気密性は確保できるものの、接合強度の低下が起こりやすく、また、接合時の加熱処理により溶融したガラス質接合剤が接合層 7 の端部から流出して基体 2 と被覆板 3 とを平行に接合することができず、もって製品歩留まりが低下し、また接合作業にも支障を来たす虞がある。

【0030】また、接合層 10 の厚みが 5  $\mu m$  未満では、接合層 10 の端部におけるフィレットの形成が不十分であることから、接合部 10 の気密性を確保できず、また接合強度も不足する。一方、接合層 10 の厚みが 180  $\mu m$  超では、接合層 10 の気密性は確保できるものの、接合強度の低下が起こりやすく、また、接合時の加熱処理により溶融したガラス質接合剤が接合層 10 の端部から流出して基体下部板 2 a と基体上部板 2 b とを平行に接合することができず、もって製品歩留まりが低下し、また接合作業にも支障を来たす虞がある。

【0031】〔ヒータエレメント〕前記ヒータエレメント 8 の材質はとくに限定されるものではないが、後述する理由から、添加剤が添加されることなく焼結され、焼結密度が 2.8 g / cm<sup>3</sup> 以上、室温での電気比抵抗が 0.1  $\Omega$  cm 以下の炭化珪素焼結体からなることが好ましい。そして、このヒータエレメント 8 に通電することにより、被覆板 3 を所定の温度に保持することができる。

【0032】このような炭化珪素セラミックス焼結体からなるヒータエレメント 8 は、例えば、特開平 4-65361 号公報に記載されている概略下記のいずれかの方法で製造することができる。

① 平均粒子径が 0.1 ～ 10  $\mu m$  の第 1 の炭化珪素粉末と、非酸化性雰囲気のプラズマ中にシラン化合物またはハロゲン化珪素と炭化水素とからなる原料ガスを導入し、反応系の圧力を 1 気圧未満から 0.1 torr の範囲で制御しつつ気相反応させることによって合成された平均粒子径が 0.1  $\mu m$  以下の第 2 の炭化珪素粉末とを混合し、これを加熱し焼結することによって炭化珪素焼結体を得て、この焼結体を所望のパターンに従って放電加工してヒータエレメントとする。

【0033】② 非酸化性雰囲気のプラズマ中にシラン化合物またはハロゲン化珪素と炭化水素とからなる原料ガスを導入し、反応系の圧力を 1 気圧未満から 0.1 torr の範囲で制御しつつ気相反応させることによって合成された平均粒子径が 0.1  $\mu m$  以下の炭化珪素粉末を加熱し、焼結することによって炭化珪素焼結体を得て、この焼結体を所望のパターンに従って放電加工してヒータエレメントとする。

【0034】しかし、これらのヒータエレメント 8 は

添加剤無添加、即ち異種物質を添加することなく焼結された炭化珪素焼結体により形成されたものであるから、均質であり、その結果局所的な異常発熱はなく、接合層10の一部が溶融して前記接合部にリークが生じることなく、前記接合層10の気密性を更に強固に確保し得るものである。

【0035】また、添加剤無添加であることから、極めて高純度であり、かつ、焼結密度が $2.8\text{ g/cm}^3$ という高密度な焼結体であることから、前記接合部にリークが生じて気密性が損なわれても、ヒータエレメント10からの添加剤、即ち不純物の蒸発はなく、反応チャンバー内が汚染される虞はない。更に、高温高強度にも優れることから熱衝撃によるヒータエレメント8の変形や断線がなく、更に室温での電気比抵抗が $1\Omega\cdot\text{cm}$ 以下という低電気比抵抗であることからヒータエレメント8を細線化、薄膜化する必要はないことから、ヒータエレメント8が断線する虞はない。

【0036】そして、この実施の形態に係る基板保持装置は、例えば、次のようにして製造することができる。表面に凹溝を有する基体下部板2b、基体上部板2aは、表面に凸部が形成された金型をセラミックス成形体板にプレス押圧し、焼結して形成する。焼結温度等の焼結条件は従来法に従えばよい。また、被覆板3も従来法に従って形成する。

【0037】そして、電極板4を前記基体上部板2bの前記凹溝10に、前記方法に従って形成されたヒータエレメント8を前記基体下部板2aの前記凹溝11にそれぞれ装填する。

【0038】次いで、微粉碎された前記ガラス質接合剤をスクリーンオイルと混合してペースト化し、このペースト状ガラス質接合剤を、前記凹溝11に前記ヒータエレメント8が装填された前記基体下部板2aと前記基体上部板2bのそれぞれの接合面、及び前記凹溝10に前記電極板4が装填された前記基体上部板2bと前記被覆板3のそれぞれの接合面に塗布し、 $100\sim200\text{ }^\circ\text{C}$ で乾燥する。

【0039】その後、ガラス質接合剤が塗布された面を介して、前記基体下部板2aと、前記基体上部板2bと、前記被覆板3とを、前記ヒータエレメント8と前記電極板4とをそれぞれ挟持した状態で積層し、電気炉中で加熱してガラス質接合剤を溶融し、 $1300\sim1500\text{ }^\circ\text{C}$ で5~40分加熱して接合する。

【0040】この加熱は常圧又は10気圧程度以下の加圧下において行なわれる。加熱時の雰囲気は用いる接合剤により異なる。即ち、オキシナイトライドガラスを含有する接合剤を用いる場合は、接合剤が予めオキシナイトライド化しているため、非窒素含有雰囲気であっても良いが、好適には窒素含有雰囲気である。これに対して、オキサイドガラスを含有する接合剤を用いる場合は、オキサイドガラスをオキシナイトライド化するため

の窒素源が必要となり、窒素含有有雰囲気で行う。なお、窒素含有雰囲気は、 $\text{N}_2$ ガス、 $\text{H}_2-\text{N}_2$ 混合ガス又は $\text{NH}_3$ ガス等を用いることにより得られる。

【0041】加熱溶融した接合剤は冷却固化することにより接合強度を持ち得るようになるが、急速冷却を行わず徐冷することにより、窒素の取り込み量を高い状態で保持しつつオキシナイトライドガラス層の安定化を図ることが好ましい。冷却速度は $50\text{ }^\circ\text{C/min}$ 以下が好ましく、更に好ましくは $30\text{ }^\circ\text{C/min}$ 以下である。

【0042】なお、接合後の接合層7、10の厚みをそれぞれ前記範囲とするためには、微粉碎されたガラス質接合剤とスクリーンオイルとの量比、ペースト状ガラス質接合剤の塗布量、接合時の加熱温度、時間等の処理条件を適宜調整することにより行うことができる。

【0043】

【実施例】以下、実施例を詳述する。

【実施例1~5】表面に幅 $5\text{ mm}$ 、深さ $3\text{ mm}$ のヒータエレメント装填用のスパイラル状凹溝が設けられた直径 $220\text{ mm}$ 、厚み $15\text{ mm}$ の窒化アルミニウム焼結体製の基体下部板と、表面に直径 $200\text{ mm}$ 、深さ $0.3\text{ mm}$ の金属製電極板装填用の円盤状凹溝が設けられた直径 $220\text{ mm}$ 、厚み $8\text{ mm}$ の窒化アルミニウム焼結体製の基体上部板と、直径 $220\text{ mm}$ 、厚み $1\text{ mm}$ の窒化アルミニウム焼結体製の被覆板を従来法に従って形成した。

【0044】一方、焼結助剤や導電性を付与するための添加剤が添加されることなく焼結され、焼結密度が $3.1\text{ g/cm}^3$ 、室温での電気比抵抗が $0.05\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$ の炭化珪素焼結体からなり、前記スパイラル状凹溝に装填し得る形状のヒータエレメントを、前記段落番号【0033】の製造方法①により形成した。この製造方法①で用いられる第1の炭化珪素粉末の平均粒径は $0.7\text{ }\mu\text{m}$ 、添加量は95重量%、第2の炭化珪素の平均粒径は $0.01\text{ }\mu\text{m}$ 、添加量は5重量%であり、ホットプレス焼結条件はプレス圧 $400\text{ kg/cm}^2$ 、焼結温度 $2200\text{ }^\circ\text{C}$ 、焼結時間90分である。また、電極板として、直径 $200\text{ mm}$ 、厚み $0.3\text{ mm}$ のモリブデン金属板を用意した。

【0045】次いで、表1に示す組成を有するガラス質接合剤(粒径約 $2\text{ }\mu\text{m}$ )を市販のスクリーンオイルと混合してペースト化し、このペースト状ガラス質接合剤を、前記スパイラル状凹溝に前記ヒータエレメントが装填された前記基体下部板と前記基体上部板のそれぞれの接合面、及び前記円盤状凹溝に前記電極板が装填された前記基体上部板と前記被覆板のそれぞれの接合面に塗布し、 $100\sim200\text{ }^\circ\text{C}$ で乾燥した。

【0046】その後、ガラス質接合剤が塗布された面を介して、前記基体下部板と、前記基体上部板と、前記被覆板とを、前記ヒータエレメントと前記電極板とをそれぞれ挟持した状態で積層し、 $\text{N}_2$ ガス雰囲気の電気炉中で加熱してガラス質接合剤を溶融し、 $1400\text{ }^\circ\text{C}$ で20分加熱して気密に接合した。冷却速度は $25\text{ }^\circ\text{C/min}$ 、

接合後の接合層の厚みは共に  $50 \mu\text{m}$  であった。また、接合界面にはオキシナイトライドガラスが形成されていることを、オージェ電子分光法により確認した。

【0047】このようにして得られた基板保持装置の、基体上部板と被覆板との接合部の気密性を確認するため、耐久性試験に供した。試験結果を表1に示す。なお、耐久性試験の概要は下記のとおりである。

【0048】セラミックスヒータに通電して、室温から最高温度  $700^\circ\text{C}$  まで 1 時間で昇温し、最高温度に 30 分

間保持し、その後室温まで徐冷する。このヒートサイクルを 100 回負荷した後の前記接合部の気密性を、He ガスを用いたリークテストにより試験した。なお、気密性の評価基準は下記のとおりである。

○: He リーク量が  $10^{-9} \text{ torr} \cdot \text{l} / \text{sec}$  以下

△: He リーク量が  $10^{-9} \sim 10^{-8} \text{ torr} \cdot \text{l} / \text{sec}$

×: He リーク量が  $10^{-8} \text{ torr} \cdot \text{l} / \text{sec}$  以上

【0049】

【表1】

	接合剤原料粉末組成 (重量%)				気密性
	Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	
実施例 1	15	10	25	50	○
実施例 2	15	15	25	45	○
実施例 3	15	15	20	50	○
実施例 4	20	20	20	40	○
実施例 5	25	25	15	35	○

【0050】【比較例 1～6】実施例 1～5 に準じて基板保持装置を作製し、耐久性試験に供した。ただし、ガラス質接合剤の組成は表2に示すとおりである。

	接合剤原料粉末組成 (重量%)				気密性
	Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	
比較例 1	0	20	40	40	×
比較例 2	0	35	20	45	△
比較例 3	0	40	10	50	×
比較例 4	20	0	40	40	×
比較例 5	35	0	20	45	△
比較例 6	40	0	10	50	×

【0052】【実施例 6】

「プラズマ耐久性試験」実施例 1 の基板保持装置を真空チャンバー内に設置し、CF<sub>4</sub> + H<sub>2</sub> (5 torr) の雰囲気でプラズマを発生させ、その耐久性試験を実施したところ、500時間経過後においてもプラズマは安定しており、耐久性に優れていることが確認された。

【0053】【比較例 7】実施例 1～5 と同一の基体下部板、基体上部板、電極板及びヒータエレメントをそれぞれ用意した。前記基体下部板の凹溝に前記ヒータエレメントを装填し、前記基体上部板の上に前記電極板を載置し、これらを Ag (72 重量%) - Cu (25 重量%) - Ti (3 重量%) からなる接合剤を用い、 $10^{-5} \text{ torr}$  の真空中、 $870^\circ\text{C}$ 、20 分間の条件下で接合し、その後、前記電極板の上に厚み  $10 \mu\text{m}$  の窒化アルミニウム薄膜を CVD 法により形成して、基板保持装置を作成した。この基板保持装置の耐久性を実施例 6 に準じて試験したところ、120時間経過後にはプラズマが不安定とな

り、165時間経過後にはプラズマの発生が停止した。このことは前記窒化アルミニウム薄膜の体積固有抵抗値が低下したためと思われる。また、この基板保持装置の気密性を実施例 1～5 に準じて試験したところ、He リーク量が  $10^{-5} \text{ torr} \cdot \text{l} / \text{sec}$  となり、接合部の気密性が劣ることが確認された。

【0054】

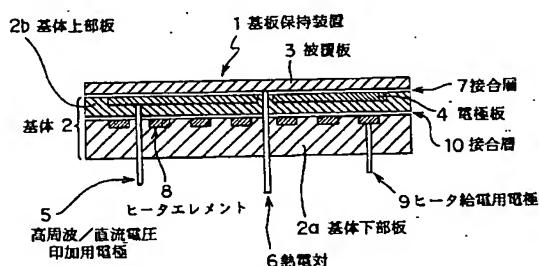
【発明の効果】以上のように、本発明の請求項 1 に係る基板保持装置では、セラミックス焼結体製の基体と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板を備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持された金属製の電極板と、この電極板に一端が接続された印加用電極を備えた基板保持装置であって、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第 III a 属元素から選ばれた少なくとも 2 種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成されていることによ

り、プラズマ安定性に優れ、しかも繰り返しの昇温・降温の熱負荷や高温雰囲気に長時間曝されても接合部にクラックが入ることがなくなり、前記電極板がプラズマに曝されることはなく、重金属汚染を防止することができる。

【0055】また、請求項2に係る基板保持装置では、前記電極板が、高周波電圧の印加によりプラズマ発生用電極として、及び／又は、直流電圧の印加により静電吸着用電極として機能することにより、高周波電圧を印加しても焼き切れることがなく、電極板の耐久性に優れ、全域に緻密、安定、かつ均一なプラズマを発生することができ、また、電極板と印加用電極との連結を面／ロッド間で確実に行うことができる。

【0056】また、請求項3に係る基板保持装置では、前記セラミックス焼結体は、窒化アルミニウム焼結体または窒化アルミニウム基焼結体からなり、前記電極板はモリブデン、タンクスチン、タンタル、ニオブ若しくはこれらの合金等の高融点金属からなるから、均質で耐熱性が高く、しかも局所的な異常発熱が生じないようにすることができて、耐久性を向上することができる。

【図1】



## 【図面の簡単な説明】

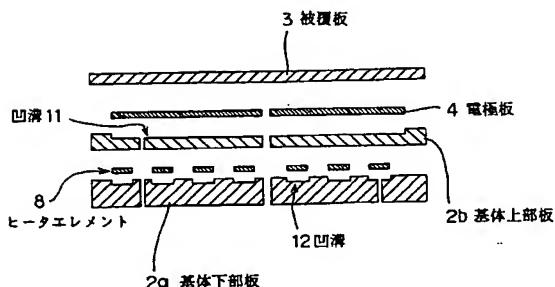
【図1】本発明の実施の形態における基板保持装置を示す縦断面図である。

【図2】本発明の実施の形態における基板保持装置を示す縦断面分解説明図である。

## 【符号の説明】

- 1 基板保持装置
- 2 セラミックス焼結体製の基体
- 2a 被覆下部板
- 2b 被覆上部板
- 3 セラミックス焼結体製の被覆板
- 4 金属製の電極板
- 5 高周波／直流電圧 印加用電極
- 6 热電対
- 7 接合層
- 8 ヒータエレメント
- 9 ヒータ給電用電極
- 10 接合層
- 11, 12 凹溝

【図2】



## フロントページの続き

(72)発明者 渡辺 剛志

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セメント株式会社新材料事業部内

(72)発明者 井上 克郎

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セメント株式会社新材料事業部内

(72)発明者 村上 嘉彦

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セメント株式会社新材料事業部内

(72)発明者 橋本 昌幸

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セメント株式会社新材料事業部内

(72)発明者 生原 幸雄

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セメント株式会社新材料事業部内

F ターム(参考) 4C026 BA16 BB16 BF02 BF43 BF46

BC02 BG27 BH13

5F031 HA02 HA16 MA28

5F045 BB14 EH04 EH08 EK09 EM02

EM05 EM09